

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-236322

(43)Date of publication of application : 26.08.2003

(51)Int.Cl.

B01D 39/20
F01N 3/02
// B01D 46/00

(21)Application number : 2002-350849

(71)Applicant : HITACHI METALS LTD

(22)Date of filing : 03.12.2002

(72)Inventor : SUWABE HIROHISA
OKAZAKI SHUNJI

(30)Priority

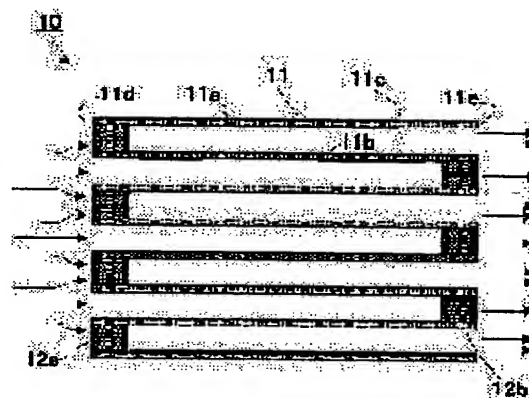
Priority number : 2001368807 Priority date : 03.12.2001 Priority country : JP

(54) CERAMIC HONEYCOMB FILTER

(57)Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a porous ceramic honeycomb filter having small pressure loss and preventing cracks or erosion due to thermal shocks when the filter is to be regenerated.

SOLUTION: The filter aims to remove particles included in exhaust gas and has a ceramic honeycomb structure in which desired positions of the edges are sealed with a sealing material. The porosity of the walls in the ceramic honeycomb structure is 50 to 80%, while the porosity of the sealing material is larger than the porosity of the walls, and the sealing depth is 3 to 15 mm. The sealing material has pores and at least a part of the cross-sectional forms of the pores in the sealing material in any cross section is almost circular.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 04.06.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3506334

[Date of registration] 26.12.2003

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-236322

(P2003-236322A)

(43) 公開日 平成15年8月26日 (2003.8.26)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード [*] (参考)
B 0 1 D 39/20		B 0 1 D 39/20	D 3 G 0 9 0
F 0 1 N 3/02	3 0 1	F 0 1 N 3/02	3 0 1 C 4 D 0 1 9
// B 0 1 D 46/00	3 0 2	B 0 1 D 46/00	3 0 2 4 D 0 5 8

審査請求 有 請求項の数 3 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2002-350849 (P2002-350849)

(22) 出願日 平成14年12月3日 (2002.12.3)

(31) 優先権主張番号 特願2001-368807 (P2001-368807)

(32) 優先日 平成13年12月3日 (2001.12.3)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000005083

日立金属株式会社

東京都港区芝浦一丁目2番1号

(72) 発明者 諏訪部 博久

栃木県真岡市鬼怒ヶ丘11番地 日立金属株式会社素材研究所内

(72) 発明者 岡崎 俊二

福岡県京都郡苅田町長浜町35番地 日立金属株式会社九州工場内

Fターム (参考) 3G090 AA02

4D019 AA01 BA05 BA06 BC12 BC20

BD01 CA01 CB04

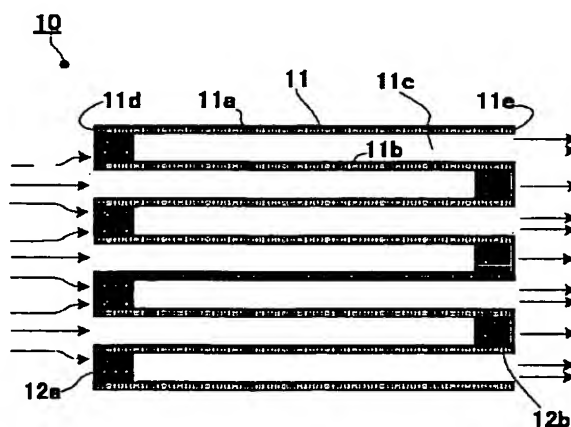
4D058 JA37 JA38 JB06 SA08

(54) 【発明の名称】 セラミックハニカムフィルタ

(57) 【要約】

【課題】 圧力損失が小さく、フィルタ再生時の熱衝撃によるクラックの発生や溶損が防止できる多孔質セラミックハニカムフィルタを得る。

【解決手段】 排気ガスに含まれる微粒子を除去するフィルタであって、セラミックハニカム構造体の両端の所望部位を、目封止材により目封止した形態のセラミックハニカムフィルタにおいて、前記セラミックハニカム構造体の隔壁の気孔率が50～80%、前記目封止材の気孔率が隔壁の気孔率より大きく、目封止深さが3～15mmとする。また、前記目封止材中に細孔が存在し、目封止材の任意断面における細孔の断面形状の少なくとも一部が略円形状であることである。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 排気ガスに含まれる微粒子を除去するフィルタであって、セラミックハニカム構造体の両端の所望部位を、目封止材により目封止した形態のセラミックハニカムフィルタにおいて、前記セラミックハニカム構造体の隔壁の気孔率が50～80%、前記目封止材の気孔率が隔壁の気孔率より大きく、目封止厚さが3～15mmであることを特徴とするセラミックハニカムフィルタ。

【請求項2】 排気ガスに含まれる微粒子を除去するフィルタであって、セラミックハニカム構造体の両端の所望部位を、目封止材により目封止した形態のセラミックハニカムフィルタにおいて、前記目封止材中に細孔が存在し、目封止材の任意断面における細孔の断面形状の少なくとも一部が略円形状であることを特徴とするセラミックハニカムフィルタ。

【請求項3】 前記ハニカム構造体の隔壁壁厚が0.1～0.5mm、隔壁のピッチが1～3mmであることを特徴とする請求項1乃至2記載のセラミックハニカムフィルタ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、自動車の排気ガス浄化装置に関し、特に、ディーゼルエンジンからの排気ガス中に含まれる微粒子を捕集するセラミックハニカムフィルタに関する。

【0002】

【従来技術】地域環境や地球環境の保全面から、ディーゼルエンジンから排出される排気ガスより炭素を主成分とする微粒子を除去するため、セラミックハニカム構造体の両端部を交互に目封止して、ハニカム構造体の複数の流路を両端部で交互に閉塞させたセラミックハニカムフィルタ（以下、「セラミックハニカムフィルタ」を略して「ハニカムフィルタ」という）が使用されるようになってきた。

【0003】図3は、ハニカムフィルタ50の斜視図であり、図4は、図3のハニカムフィルタ50の模式断面図である。図3及び図4に示すように、通常、ハニカムフィルタ50は、略円筒状又は略楕円状で、外周壁51aと、この外周壁51aの内周側で隔壁51bにより囲まれた多数のセル51cを有する多孔質セラミックハニカム構造体（以下、「多孔質セラミックハニカム構造体」を略して「ハニカム構造体」という）51での流路51cの流入側51d、流出側51eの両端面を交互に目封止材52a、52bで目封止している。

【0004】ハニカムフィルタ50での排気ガス浄化は、以下の通り行われる。図4で、排気ガスは、ハニカムフィルタ50の流入側51dで開口している流路51cから流入（50aで示す）し、出口側は目封止されているため、排気ガスはそのまま流出することはできず

に、隔壁51bに形成された細孔（図示せず）を通過した後、隣接セルの流出側51eから排出（50bで示す）される。そして、排気ガス中に含まれる微粒子などは、隔壁51b内で連続する細孔から隣接する流路に通過する際に濾過され、捕集される。セル壁51bに捕捉された微粒子は一定量以上になるとフィルタの目詰まりが発生するため、バーナーや電気ヒーターにより燃焼させ、フィルタの再生が行われる。上記のような構造のハニカムフィルタの特性に関しては、エンジン性能を低下させないため、フィルタの圧力損失を低く押さえることが特に重要であるが、微粒子の捕集効率や、フィルタ再生時の耐破損性や耐溶損性も重要である。これらの中、フィルタの圧力損失については隔壁の気孔率や気孔寸法を大きくし、排気ガスに対する抵抗を小さくすることにより、低減可能となるが、一方、気孔率や気孔寸法を大きくすることは隔壁の強度低下につながり、フィルタの耐破損性が低下するという問題がある。また、ハニカムフィルタの両端面に配置された目封止材は、図4に示されるように、隔壁中を排気ガスが通過させるようにするため不可欠なものであるが、この目封止材の存在によりハニカムフィルタの圧力損失を上昇させたり、熱衝撃等による耐破損性を低下させたりするという問題を生じさせることもあった。このようなことから、ハニカムフィルタの重要特性である圧力損失と耐破損性を両立させることは実質的に困難であった。そこで、上記問題点を解決するため、ハニカムフィルタの目封止材の気孔率や寸法に着目して改良を加える技術が以下のように開示されている。

【0005】特許文献1には、排気ガス流出側の目封止材の細孔を3次的に連鎖させたハニカムフィルタであって、排気ガス流出側での目封止材の気孔率をハニカム構造体の気孔率の110～140%とした排ガスフィルタが開示されている。同文献によれば、排気ガス流出側から逆洗エアを流した場合に、排気ガス流出側の目封止材の直上に堆積した微粒子50cが良好に剥離されるため、セル壁の目詰まりを防止できると共に、ハニカムフィルタの圧力損失の上昇を防止できるとしている。更に、排気ガス流出側の目封止材は気体を流通させるが、排気ガス中の微粒子は殆ど通過させないので、微粒子の捕集効率が悪化することはないとしている。

【0006】一方、特許文献2には、ハニカムフィルタの両端部の目封止材の目封止厚さが均一でなく、目封止材と隔壁との境界を直線又は一定のパターンで連続しないように不均一とした排ガス浄化フィルタが開示されている。この文献によれば、目封止材と隔壁との境界を直線又は一定のパターンで連続しないように不均一としていることから、熱衝撃により応力集中する部分及び燃焼熱が集中する部分を連続しないこととなり、応力及び燃焼熱が分散され、熱衝撃によるクラックの発生及び溶損を防止できるとされている。

【0007】

【特許文献1】特開平7-332064号公報

【特許文献2】特許第3012167号公報

【0008】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、特許文献1に記載のハニカムフィルタは、その実施例に記載されているように、ハニカム構造体の気孔率が45%であり、さらに排気ガス流出側の目封止材の気孔率がハニカム構造体の気孔率の110~140%(隔壁の気孔率が45%の場合、目封止材の気孔率49.5~63%)程度であり、実施例には、目封止材の気孔率40~65%が記載されており、逆洗エアによる排気ガス流出側の目封止材の直上に堆積した微粒子が剥離される効果は認められるものの、ハニカム構造体の隔壁の気孔率が45%、排気ガス流出側の目封止材の気孔率が40~65%と小さいため、隔壁や排気ガス流出側目封止材での排気ガスの通気抵抗が大きく、ハニカムフィルタ自体の圧力損失が大ききという問題があった。更に、排気ガス流入側の目封止材はハニカム構造体と同一材料で形成されており、目封止材と隔壁の気孔率は同程度であるので、隔壁に比べて厚さの厚い排気ガス流入側目封止材中の気孔を、排気ガスが通過することは殆ど出来ないため、ハニカムフィルタ入口での圧力損失が大きくなり、ハニカムフィルタ全体としての圧力損失が大きくなるという問題もあった。また、隔壁での圧力損失を低減する目的で、隔壁を構成する材料に、例えば50~80%の高気孔率のものをを用いた場合には、排気ガス流出側目封止部の気孔率をハニカム構造体の気孔率の110~140%とすると、排気ガス流出側目封止材の気孔率は55~112%となってしまう、気孔率100%を超えるような目封止材は存在しえず、微粒子を捕集することが実質的に困難となり、ハニカムフィルタとしての機能が発揮できなくなってしまうという問題もあった。すなわち特許文献1に記載の排気ガスフィルタには、隔壁の気孔率が小さいこと、排気ガス流入側の目封止材の気孔率は隔壁と同程度であることから、圧力損失が大ききという問題点があった。また、気孔率50~80%の高気孔率を有する隔壁に適した、排気ガス流入側及び排気ガス流出側の目封止部の気孔率、細孔径分布、細孔形態等についての開示は全くされていない。

【0009】また、特許文献2に記載の排気ガス浄化フィルタのように、ハニカムフィルタの両端部の目封止材の目封止厚さが均一でなく、目封止材と隔壁との境界を直線又は一定のパターンで連続しないように不均一とすると、目封止厚さの大きい目封止材を有する流路では、フィルタ機能を主に有する隔壁の表面積が実質的に小さくなるため、ハニカムフィルタ自体のフィルタ表面積が小さくなり、結果的に圧力損失が大きくなるという問題が生じる場合があった。一方、目封止厚さの小さい箇所では目封止材と隔壁間の接合面積が小さいため両者の接

合力が小さく、排気ガスによる圧力や熱衝撃等により、目封止材と隔壁の界面にクラックが発生したり、或いは目封止材と隔壁が剥離する場合があった。さらに、目封止厚さを不均一にすると、ハニカムフィルタ製品毎のフィルタ表面積が一定にはなり得ず、結果的にハニカムフィルタの製品毎の圧力損失に変動が生ずるため、ハニカムフィルタの製造歩留まりが悪くなるという問題が生じる場合があった。

【0010】本発明は、上記課題に鑑みてなされたもので、圧力損失が小さく、フィルタ再生時の熱衝撃によるクラックの発生が防止できるハニカムフィルタを得ることにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、ハニカムフィルタの隔壁および目封止材について各種の検討を行った結果、ハニカムフィルタの耐破損性を低下させることなく、圧力損失を低下させるためには、ハニカムフィルタ両端に形成された目封止材に関して、高気孔率隔壁に組合される目封止材の気孔率及び目封止厚さを適切な範囲とすることで、上記課題が解決できるとの知見を得、本発明に想到した。更には、ハニカムフィルタの両端に形成された目封止材の細孔形態を適切な形態とすることによっても、ハニカムフィルタの耐破損性を損なうことなく、圧力損失が低減できることを見出し、本発明に想到した。

【0012】即ち、本発明のセラミックハニカムフィルタは、排気ガスに含まれる微粒子を除去するフィルタであって、セラミックハニカム構造体の両端の所望部位を、目封止材により目封止した形態のセラミックハニカムフィルタにおいて、前記ハニカム構造体の隔壁の気孔率が50~80%、前記目封止材の気孔率が隔壁の気孔率より大きく、目封止厚さが3~15mmであることを特徴とする。また、本発明の別の発明にかかわるセラミックハニカムフィルタは、排気ガスに含まれる微粒子を除去するフィルタであって、セラミックハニカム構造体の両端の所望部位を、目封止材により目封止した形態のセラミックハニカムフィルタにおいて、前記目封止材中に細孔が存在し、目封止材の任意断面における細孔の断面形状の少なくとも一部が略円形状であることを特徴とする。更に、本発明のセラミックハニカムフィルタにおいて、前記ハニカム構造体の隔壁壁厚が0.1~0.5mm、隔壁のピッチが1~3mmであることが好ましい。

【0013】

【作用】次に、本発明における作用効果につき説明する。本発明のセラミックハニカムフィルタは、セラミックハニカム構造体の隔壁の気孔率が50~80%、ハニカムフィルタの両端に形成された目封止材の気孔率が隔壁の気孔率より大きく、目封止厚さが3~15mmの範囲内で形成されていることから、ハニカムフィルタの流

入側に開口した流路に流入した排気ガスは50～80%という高い気孔率を有する隔壁中を通過し、隣接した流路を経て排出されるのと共に、ハニカムフィルタの排気ガス流入側及び流出側の両端部に形成された、隔壁より高い気孔率を有し、厚さが3～15mmの範囲に均一に形成された目封止部をも通過することができるようになるため、ハニカムフィルタ全体としての圧力損失を低減することができる。また、ハニカムフィルタ両端部に形成された目封止材の気孔率を、隔壁の気孔率に比べて大きくしていることから、従来の隔壁と同一材料で形成された目封止部に比べ、目封止部の熱容量が小さくなり、目封止材の速熱性が良好となるため、フィルタ再生時の熱衝撃が加わっても、目封止材や目封止材と隔壁界面に発生する応力を小さく押さえることができ、隔壁、目封止部、或いは両者界面へのクラック発生を防止することが可能となる。更に、目封止厚さが3～15mmの範囲になるよう均一に形成されていることから、目封止部が配置されている流路の隔壁表面積が確保され、低圧力損失が得られるのと共に、目封止部と隔壁間の接合力が十分確保され、両者間にクラックが発生したり、目封止部が脱落するといった問題を回避することができる。以上述べたように、本発明のセラミックハニカムフィルタによれば、圧力損失が低く耐破損性に優れるという相反する二つの特性を両立させることができるのである。更には、目封止材厚さが3～15mmの範囲になるようにしていることは、ハニカムフィルタ製品毎のフィルタ面積が一定となり、ハニカムフィルタ製品毎の圧力損失の安定化につながるという効果もある。

【0014】以下、上記本発明のセラミックハニカムフィルタの数値限定理由について詳細に記述する。本発明のハニカムフィルタの隔壁の気孔率を50～80%にしたのは、気孔率が50%未満であると、隔壁を排気ガスが通過する際の通気抵抗が大きくなるため、ハニカムフィルタの圧力損失が大きくなるからであり、気孔率が80%を超えると、強度が低下すると共に微粒子の捕集効率が低下するためである。ハニカムフィルタの隔壁の気孔率は、上記理由から、好ましくは、60～75%である。

【0015】本発明のハニカムフィルタの両端に形成された目封止材の気孔率を隔壁の気孔率より大きくする理由は上述したように、排気ガスの一部が目封止材を通過できるため、ハニカムフィルタの圧力損失を低減することが可能となると共に、目封止材の熱容量が小さくなるため、目封止材の速熱性が良好となり、熱衝撃が加わっても目封止材や目封止材と隔壁界面に発生する応力を小さく押さえることができ、クラックが発生しにくくなるからである。一方、目封止材の気孔率が隔壁の気孔率と同等或いは、小さくなると、隔壁厚さより厚い目封止厚さを有する目封止材における排気ガスの通気抵抗が大きくなるため、排気ガスの一部が目封止材を通過しにくく

なり、フィルタの圧力損失が大きくなると共に、目封止材の熱容量が大きくなるため、熱衝撃が加わった際に目封止材や目封止材と隔壁界面に発生する応力が大きくなり、クラックが発生しやすくなるからである。尚、目封止材の気孔率は、隔壁の気孔率よりも5%以上大きいと、その効果は大きくなり、更に好ましくは10%以上である。更には、目封止材の気孔率は、70～90%とすることが好ましい。目封止材の気孔率が70%未満であると、排気ガスの一部が目封止材を通過しにくくなるので、圧力損失が上昇することもある。一方、目封止材の気孔率が90%を超えると、目封止材自体の強度が不足して、キャニングやハンドリング時、特に両端面に欠けや割れが発生しやすく、また、排気ガス中の大きな微粒子が目封止部で捕集されず大気中に放出されるおそれがある。特に好ましい目封止材の気孔率の範囲は75%～85%である。この時、流入側と流出側の目封止材の気孔率は同一であっても、異なっても良い。

【0016】目封止厚さ3～15mmとしたのは、目封止厚さが3mm未満では、目封止材と隔壁の接合力が低下することから、機械的衝撃や熱衝撃が発生した際に、両者界面にクラックが発生し、隔壁と目封止材が剥離する場合があるからである。この場合、剥離した箇所を通過して排気ガスが通過してしまい、微粒子が捕集されずに出口に排出されるという問題が発生するからである。一方、目封止厚さが15mmを超えると、相対的にフィルタ面積が小さくなるため、圧力損失が大きくなるからである。さらに、より好ましい目封止厚さは5～12mmである。なお、目封止厚さは、流路の開口端部から金属製の棒(直径0.8mm程度で、先端は糸面取り)を差し込み、この棒の挿入深さを測定することにより、ハニカムフィルタ全長と挿入深さとの差から求めることができる。

【0017】また、本発明の別の発明にかかわるセラミックハニカムフィルタは、目封止材中に細孔が存在し、目封止材の任意断面における細孔の断面形状の少なくとも一部が略円形状であることから、排気ガスの通気性が良好であるのと共に、細孔での応力集中を低減でき、目封止材自体の強度を確保できることから、圧力損失が低く耐破損性に優れるという相反する二つの特性を両立させることができる。断面形状が略円形状の細孔は、すべての細孔が略円形状である必要はなく、少なくとも一部の細孔、特に排気ガスの通気性や強度への影響が大きい寸法の大きな細孔、例えば断面積が1000 μm^2 以上の細孔に略円形状のものが含まれていると好ましい。ここで、断面形状が略円形状とは、目封止材の任意断面において、アスペクト比が2以下の細孔のことを言う。更に、断面積が1000 μm^2 以上である細孔のうちアスペクト比が2以下の細孔の割合が20%以上であると、より好ましい。ここでアスペクト比とは、任意断面の細孔形状の相当楕円の長軸と短軸の比(長軸/短軸)で表

す。断面形状が略円形状の細孔を形成するためには、目封止材を形成する際に、スラリー状或いはペースト状の目封止材形成原料中に略球状の造孔剤を添加し、目封止部を形成した上で、乾燥、焼成を行うことにより、造孔剤を燃焼、除去し、目封止材中に断面形状が略円形状の細孔を残留させることができる。更に、本目封止材中に細孔が存在し、目封止材の任意断面における細孔の断面形状の少なくとも一部が略円形状であるセラミックハニカムフィルタは、隔壁の気孔率が50～80%、前記目封止材の気孔率が隔壁の気孔率より大きく、目封止厚さが3～15mmであると、更に低圧力損失で耐破損性に優れるという相反する二つの特性の両立が容易になる。

【0018】本発明のセラミックハニカムフィルタにおいて、ハニカム構造体の隔壁厚さが0.1～0.5mm、隔壁のピッチが1～3mmであることが好ましいのは、以下の理由による。隔壁厚が0.1mm未満では、隔壁の気孔率を50～80%の高い範囲に設定していることからハニカム構造体の強度が低下し、好ましくない。一方、ハニカム構造体のセル壁厚が0.5mmを超えると、如何に隔壁が高気孔率であっても、排気ガスに対する隔壁の通気抵抗が大きくなるため、ハニカムフィルタの圧力損失が大きくなるからである。より好ましい隔壁厚さは、0.2～0.4mmである。また、隔壁のピッチが1mm未満になると、排気ガス流入側に開口した流路の開口寸法が小さくなるため、入口での圧損が大きくなり、ハニカムフィルタの圧力損失が大きくなるからであり。隔壁のピッチが3mmを超えると、幾何学的表面積（単位体積当たりの隔壁の表面積）が小さくなることから、ハニカムフィルタの圧力損失が大きくなるからである。より好ましい隔壁のピッチは1.2～2.0mmである。以上のように、隔壁厚さ及び隔壁ピッチを好ましい範囲とすることにより、低圧力損失で耐破損性に優れるという相反する特性の両立がより容易になる。上記、多孔質セラミックハニカム構造体の隔壁及び目封止材を構成する材料としては、本発明が主にディーゼルエンジンの排気ガス中の微粒子を除去するためのフィルタとして使用されるため、耐熱性に優れた材料を使用することが好ましく、コーゼライト、アルミナ、ムライト、窒化珪素、炭化珪素及びLASからなる群から選ばれた少なくとも1種を主結晶とするセラミック材料を用いることが好ましい。中でも、コーゼライトを主結晶とするセラミックハニカムフィルタは、安価で耐熱性、耐食性に優れ、また低熱膨張であることから最も好ましい。

【0019】また、上記セラミックハニカムフィルタは、目封止材の少なくとも片方の端面が凹形状とすることが好ましい。目封止材の端面が凹形状であると、目封止材の実質厚さが小さくなり、耐破損性を維持しつつ、更に圧力損失を低減することが可能となる。すなわち、目封止材厚さの、流路中心部を流路の隔壁側に比べて小

さくなることにより、目封止材の端面が平坦な場合に比べて、目封止材と隔壁間の接合強度は維持されつつ、排気ガスに対する抵抗を小さくすることができるからである。目封止材の端面とは、流入側目封止材の入り口側端面、及び流路側端面、そして流出側目封止材の出口側端面、及び流路側端面のことを言い、これらのうち少なくとも1箇所の端面に凹部が形成されていれば、圧力損失を小さくする効果が認められるが、これらのうちの複数箇所の端面に凹部が形成されていると、更にその効果は大きくなるのである。

【0020】次に本発明のセラミックハニカムフィルタに目封止する方法の一例について図2を用いて説明する。図2は、ハニカム構造体に目封止材を導入している状況を示す模式断面図である。まずハニカム構造体の端面に図2に示すようにマスキングフィルム17-1及び17-2を配置した後、ハニカム構造体の流路に対して交互に穿孔部17-1a及び17-2aを形成する。また、セラミックスラリー12を調整し、容器18に収納しておく。このセラミックスラリーの作成に当たっては、所定の目封止材の気孔率を得る目的で、粒子径の大きいセラミック原料を使用したり、造孔剤を添加する方法等を適宜選択する。特に目封止材中に目封止材断面において略円形状の断面形状を有する細孔を形成する場合は、球状の造孔剤、例えば樹脂製ビーズ、より好ましくは中空樹脂製ビーズを添加し、その後の焼成過程でこの造孔剤を燃焼除去することにより、目封止材中に断面形状が略円形状の細孔を形成することができる。次いで、上記のように作成したセラミックスラリー12に、ハニカム構造体11の端面11eを浸漬し、マスキングフィルムの穿孔部穿孔部17-1aを通じて、ハニカム構造体11にセラミックスラリー12を導入、セラミックスラリーが乾燥後、ハニカム構造体の他端側を同様にマスキングフィルムの穿孔部穿孔部17-2aを通じて、ハニカム構造体11にセラミックスラリー12を導入、セラミックスラリーが乾燥して、マスキングフィルム17-1、17-2を剥がす。このとき、ハニカム構造体のセラミックスラリーへの浸漬深さを調整することにより、3～15mmの目封止厚さが得られる。その後、目封止材の焼成を行い、隔壁と目封止材を一体化せしめ、図1に示すセラミックハニカムフィルタを得る。

【0021】また本発明のセラミックハニカムフィルタは従来技術で示したように微粒子が一定量以上になるとバーナーや電気ヒーターにより微粒子を燃焼させる交互再生方式のフィルタに適用できるのは勿論のこと、セラミックハニカム構造体に担持させた触媒の作用によって微粒子を連続的に燃焼除去する、連続再生式のセラミックハニカムフィルタにも適用可能である。

【0022】

【発明の実施の形態】以下、発明の実施の形態を詳細に説明する。

(実施例1) カオリン、タルク、シリカ、水酸化アルミ、アルミナなどの粉末を調整して、質量比で、 SiO_2 : 47~53%、 Al_2O_3 : 32~38%、 MgO : 12~16%及び CaO 、 Na_2O 、 K_2O 、 TiO_2 、 Fe_2O_3 、 PbO 、 P_2O_5 などの不可避免的に混入する成分を全体で2.5%以下を含むようなコーディエライト生成原料粉末に、成形助剤と造孔剤を5~25質量%添加し、規定量の水を注入して更に十分な混合を行い、ハニカム構造に押出成形可能な坯土を調整した。そして、一般的な構造の押出成形用金型を用い押出成形し、外周壁と、この外周壁の内周側で壁により囲まれた断面が四角形状で、各種の隔壁厚と隔壁の気孔率が得られるように、金型寸法、及び造孔剤の添加量を調整してハニカム構造を有する各種成形体を作製し、乾燥後焼成を行い、直径150mm×長さ150mmで、各種の隔壁厚さ及び各種の隔壁ピッチを有し、各種気孔率を有するハニカム構造体を作製した。次に、図示しないが、ハニカム構造体の両端面にマスキングフィルムを接着剤で貼り付けた後、市松模様となるように穿孔し、続いて、ハニカム構造体に目封止を行った。まず、コーディエライト化原料粉末に必要に応じて造孔剤を添加し、水、成形助剤等を添加し、コーディエライト質セラミックスラリー12を作成し、スラリー容器18内に収納した。そして図2に示すように、ハニカム構造体11の端面11eをセラミックスラリー12に浸漬し、マスキングフィルム17-1及び17-2の穿孔部17-1a及び17-2aを通じて、ハニカム構造体11に目封止材12の目封止深さを変えて導入し、その後、マスキングフィルム17-1、17-2を剥がした。次いで、バッチ式焼成炉(図示せず)を用いて温度制御しつつ目封止材の焼成を行い、各種気孔率の目封止材を有するセラミックハニカムフィルタ10を得た。次に、得られたハニカムフィルタ10について、ハニカム構造体11の隔壁厚(mm)、隔壁のピッチ(mm)、隔壁11bの気孔率(%)、目封止材の気孔率(%)、目封止厚さ(mm)、その結果を表1に示す。なお、目封止厚さの測定は、流路の開口端部から*

* 金属製の棒(直径0.8mm程度で、先端は糸面取り)を差し込み、この棒の挿入深さを測定することにより、ハニカムフィルタ全長と挿入深さとの差から求めた。また、測定箇所は図5に示すように、ハニカム構造体のX軸、及びY軸の直径21、22を等間隔に分割する5箇所×5箇所計25箇所の流路に対して行い、25箇所目封止厚さの測定値の平均を目封止厚さとした。

【0023】また、以下のようにして、圧力損失及び耐熱衝撃性の評価を行った。圧力損失試験装置(図示せず)で、(b)カーボン粉を3g/hで2時間投入した後の流入側11dと流出側11eの差圧を測定した。そして、400mmAq以下を合格とし(○)で、更に380mmAq未満の好ましい場合を優(◎)、380~400mmAqを良(○)、400mmAqを超えるものをNG(×)として評価した。耐熱衝撃性の評価は、一定温度に加熱された電気炉中にフィルターを30分間保持し、その後室温に急冷し、目視にてクラックが発見された時の加熱温度と室温との温度差を耐熱衝撃温度として評価した。また、クラックが発見されない場合は25℃温度を上昇させ同様の試験を行い、クラックが発生するまで繰り返した。試験数は各3個とし、それらの平均値が600℃以上を合格とし(○)で、更に、650℃以上700℃未満の好ましい場合を(◎)、700℃以上の更に好ましい場合を優(◎◎)、600℃未満であった場合をNG(×)として評価した。

【0024】そして、総合判定として、圧力損失及び耐熱衝撃性のいずれも合格であるものを(○)、そのうち両者とも(◎)の判定であった場合(◎)、圧力損失が(◎)耐熱衝撃性が(◎◎)であったものを(◎◎)、いずれか1つでもNGであるものを(×)で評価し、ハニカムフィルタの隔壁厚、隔壁の気孔率、目封止材の気孔率、目封止深さと、圧力損失評価結果及び耐熱衝撃性を、表1にまとめて示す。

【0025】

【表1】

試験NO		ハニカム構造体			目封止材		評価結果		総合判定
		隔壁厚さ(mm)	隔壁ピッチ(mm)	隔壁の気孔率(%)	気孔率(%)	厚さ(mm)	圧力損失	耐熱衝撃性	
試験NO.1	本発明例	0.15	1.46	50	55	3	○	○	○
試験NO.2		0.2	1.46	55	65	5	○	○	○
試験NO.3		0.22	1.52	60	69	10	○	○	○
試験NO.4		0.22	1.52	65	75	10	◎	○	○
試験NO.5		0.25	1.52	75	80	12	◎	○	○
試験NO.6		0.31	1.52	65	80	11	◎	○	○
試験NO.7		0.3	1.52	78	85	15	◎	○	○
試験NO.8	比較例	0.08	1.46	51	55	5	○	×	×
試験NO.9		0.12	1.46	45	22	2	×	×	×
試験NO.10		0.28	1.52	70	45	12	×	×	×
試験NO.11		0.25	1.52	85	90	15	◎	×	×
試験NO.12		0.6	1.52	51	55	5	×	○	×
試験NO.13		0.15	1.52	50	55	18	×	○	×

【0026】表1から、本発明例である試験NO. 1~7のハニカムフィルタは、隔壁厚が0.1~0.5mm、セル壁の気孔率が50~80%、目封止材の気孔率

が隔壁の気孔率より大きく、目封止厚さが3~15mmであるため、圧力損失及び耐熱衝撃性の評価が良好で、総合判定は(○)であった。特に、発明例4~7は目封

止材の気孔率が70～90%のより好適な範囲にあるため圧力損失の評価が(◎)であった。一方、比較例である試験NO.8のハニカムフィルタは、目封止厚さが3mm未満であるので耐熱衝撃性が低下し総合判定は(×)であった。比較例である試験NO.9のハニカムフィルタは、隔壁の気孔率が50%未満であり、目封止材の気孔率がセル壁の気孔率より小さいため、圧力損失が大きくなり、総合判定は(×)であった。比較例である試験NO.10のハニカムフィルタは隔壁の気孔率は50～80%の範囲であるが、目封止材の気孔率が隔壁の気孔率より小さいため、圧力損失が大きくなるのとともに、耐熱衝撃性も低下し、総合判定は(×)であった。比較例である試験NO.11のハニカムフィルタは、隔壁の気孔率が80%を越えているので、耐熱衝撃性が低下し、総合判定は(×)であった。比較例である試験NO.12及び試験NO.13のハニカムフィルタは、目封止深さが15mmを超えており、フィルタ面積が小さくなったため、圧力損失が大きくなり、総合判定は(×)であった。

【0027】(実施例2)実施例1と同様の方法にて、直径150mm×長さ150mm、隔壁のピッチ1.5mm、隔壁11b厚さ0.3mmの隔壁構造を有し、隔壁の気孔率が65%、目封止材の気孔率が78%、目封止厚さが10mmであるコーゼライト質セラミックハニ

＊ニカムフィルタ10を作製した。但し、試験NO.14～17の目封止材を形成する際のコーゼライト質セラミックスラリー12を作成する際には、コーゼライト化原料粉末に球状造孔剤であるメチルメタクルレート・アクリロニトリル共重合体樹脂製ビーズをその添加量を変えて添加し、更に水、成形助剤等を添加、混合して得た。次に、得られたハニカムフィルタ10について、目封止材の任意断面における細孔の形態の測定を行った。ここで目封止材の任意断面における細孔の形態の測定は、ハニカムフィルタの流路方向に添った断面で研磨を行った上で、SEM観察を行い、SEM像から目視にて略円形状の細孔の有無を確認した。更に上記SEM像に対して画像解析により細孔のアスペクト比を測定し、断面積が1000 μm^2 以上である細孔のうち、アスペクト比が2以下の細孔の割合を算出した。上記アスペクト比の測定は、SEM像の画像データに対し、市販の画像解析ソフトウェア(メディアサイバネティクス社製イメージプロプラスバージョン3.0)により解析を行い、任意断面の細孔形状の相当楕円の長軸と短軸の比(長軸/短軸)で表した。また、上記セラミックハニカムフィルタに対して、実施例1と同様の方法により、圧力損失及び耐熱衝撃性の評価を行った。

【0028】

【表2】

	目封止材		評価結果		総合判定
	略円形状の細孔の有無	アスペクト比2以下の細孔の割合(%)	圧力損失	耐熱衝撃性	
試験NO.14	有り	15	◎	◎	◎
試験NO.15	有り	12	◎	◎	◎
試験NO.16	有り	42	◎	◎◎	◎◎
試験NO.17	有り	65	◎	◎◎	◎◎
試験NO.18	無し	0	○	○	○
試験NO.19	無し	0	○	○	○

【0029】試験NO14～17のハニカムフィルタは、目封止材中に断面形状が略円形状の細孔が存在することから、低圧力損失特性を示すと共に、特に耐熱衝撃性に優れており、耐熱衝撃性の評価はいずれも(◎)或いは(◎◎)となったため、総合判定は(◎)或いは(◎◎)となった。特に試験NO16及び17のハニカムフィルタは、目封止材の任意断面において、断面積が1000 μm^2 以上である細孔のうち、アスペクト比が2以下の細孔の割合が20%以上であることから、耐熱衝撃性の評価は(◎◎)となり、総合判定も(◎◎)であった。一方、試験NO.18、19のハニカムフィルタは、目封止材中に断面形状が略円形状の細孔が存在しないことから、耐熱衝撃性の判定が(○)となり、総合判定は(○)となった。

【0030】(実施例3)実施例1と同様の方法にて、直径150mm×長さ150mm、隔壁のピッチ1.5

mm、隔壁11b厚さ0.3mmの隔壁構造を有し、隔壁の気孔率が65%、目封止材の気孔率が60%、目封止厚さが10mmであるコーゼライト質セラミックハニカムフィルタ10を作製した。ここで、試験NO.20～23の目封止材を形成する際のコーゼライト質セラミックスラリー12を作成する際には、実施例2と同様にコーゼライト化原料粉末に球状造孔剤であるメチルメタクルレート・アクリロニトリル共重合体樹脂製ビーズをその添加量を変えて添加し、更に水、成形助剤等を添加、混合して得た。次に、得られたハニカムフィルタ10について、目封止材の任意断面における細孔の形態の測定を、実施例2と同様に行った。また、上記セラミックハニカムフィルタに対して、実施例1と同様の方法により、圧力損失及び耐熱衝撃性の評価を行った。

・【表3】

13

14

	目封止材		評価結果		総合判定
	略円形状の細孔の有無	アスペクト比2以下の細孔の割合(%)	圧力損失	耐熱衝撃性	
試験NO.20	有り	15	○	○	○
試験NO.21	有り	12	○	○	○
試験NO.22	有り	42	○	◎	◎
試験NO.23	有り	65	○	◎	◎
試験NO.24	無し	0	○	×	×
試験NO.25	無し	0	○	×	×

試験NO.20～23のハニカムフィルタは、目封止材中に断面形状が略円形状の細孔が存在することから、低圧力損失特性を示すと共に、特に耐熱衝撃性に優れており、耐熱衝撃性の評価はいずれも(○)或いは(◎)となったため、総合判定は(○)或いは(◎)となった。特に試験NO.16及び17のハニカムフィルタは、目封止材の任意断面において、断面積が $1000\mu\text{m}^2$ 以上である細孔のうち、アスペクト比が2以下の細孔の割合が20%以上であることから、耐熱衝撃性の評価は(◎)となり、総合判定も(◎)であった。一方、試験NO.24、25のハニカムフィルタは、目封止材中に断面形状が略円形状の細孔が存在しないことから、耐熱

【0031】

【発明の効果】以上詳細に説明のとおり、本発明のハニカムフィルタは、圧力損失が小さく、耐熱衝撃性が良好で、フィルタ再生時の熱衝撃によるクラックの発生や溶損を防止することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施の形態でのハニカムフィルタの模式断面図である。

*【図2】ハニカム構造体に目封止材を導入している状況を示す模式断面図である。

【図3】従来のハニカムフィルタの斜視図である。

【図4】図3のハニカムフィルタの模式断面図である。

【図5】ハニカムフィルタの目封止厚さの測定個所を示す図である。

【符号の説明】

10、50：ハニカムフィルタ

50a：流入

50b：流出

11、51：ハニカム構造体

11a、51a：外周壁

11b、51b：隔壁

11c、51c：流路

11d、51d：流入側端面

11e、51e：流出側端面

12a、12b、51a、51b：目封止材

17-1、17-2：マスキングフィルム

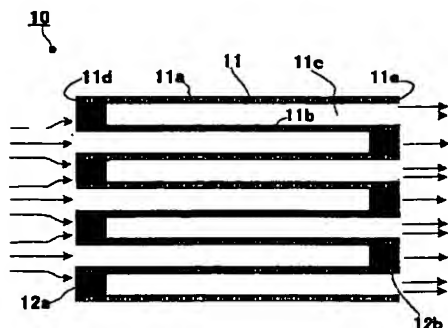
17-1a、17-2a：穿孔部

18：スラリー容器

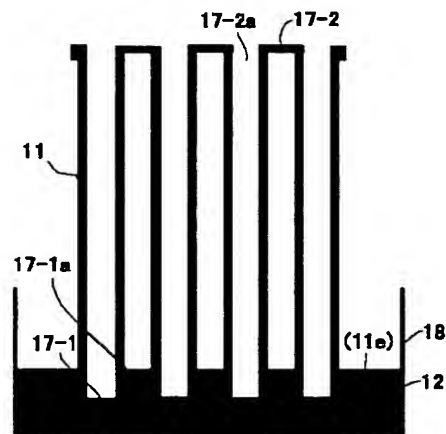
21：Y軸の直径

*30 23：X軸の直径

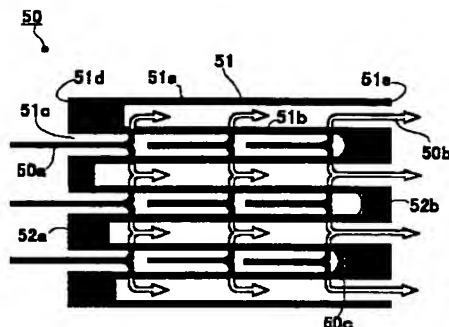
【図1】



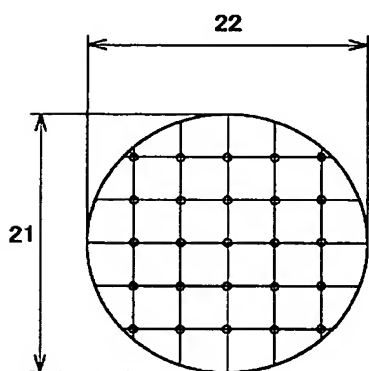
【図2】



【圖4】



【图5】



【特許請求の範囲】

【請求項2】 排気ガスに含まれる微粒子を除去するフィルタであって、セラミックハニカム構造体の両端の所望部位を、目封止材により目封止した形態のセラミックハニカムフィルタにおいて、前記目封止材中に細孔が存

【補正内容】

【0012】即ち、本発明のセラミックハニカムフィルタは、排気ガスに含まれる微粒子を除去するフィルタであって、セラミックハニカム構造体の両端の所望部位を、目封止材により目封止した形態のセラミックハニカムフィルタにおいて、前記ハニカム構造体の隔壁の気孔

率が50～80%、前記目封止材の気孔率が隔壁の気孔率より大きく、目封止厚さが3～15mmであることを特徴とする。また、本発明の別の発明にかかわるセラミックハニカムフィルタは、排気ガスに含まれる微粒子を除去するフィルタであって、セラミックハニカム構造体の両端の所望部位を、目封止材により目封止した形態のセラミックハニカムフィルタにおいて、前記目封止材中に細孔が存在し、目封止材の任意断面における細孔の断面形状の少なくとも一部が略円形状であり、断面積が1000 μm^2 以上である細孔のうちアスペクト比が2以下の細孔の割合が20%以上であることを特徴とする。更に、本発明のセラミックハニカムフィルタにおいて、前記ハニカム構造体の隔壁壁厚が0.1～0.5mm、隔壁のピッチが1～3mmであることが好ましい。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0030

【補正方法】変更

【補正内容】

*【0030】（実施例3）実施例1と同様の方法にて、直径150mm×長さ150mm、隔壁のピッチ1.5mm、隔壁11b厚さ0.3mmの隔壁構造を有し、隔壁の気孔率が65%、目封止材の気孔率が60%、目封止厚さが10mmであるコーゼライト質セラミックハニカムフィルタ10を作製した。ここで、試験NO.20～23の目封止材を形成する際のコーゼライト質セラミックスラリー12を作成する際には、実施例2と同様にコーゼライト化原料粉末に球状造孔剤であるメチルメタクルレートーアクリロニトリル共重合体樹脂製ビーズをその添加量を変えて添加し、更に水、成形助剤等を添加、混合して得た。次に、得られたハニカムフィルタ10について、目封止材の任意断面における細孔の形態の測定を、実施例2と同様に行った。また、上記セラミックハニカムフィルタに対して、実施例1と同様の方法により、圧力損失及び耐熱衝撃性の評価を行った。

【表3】

*

	目封止材		評価結果		総合判定
	略円形状の細孔の有無	アスペクト比2以下の細孔の割合(%)	圧力損失	耐熱衝撃性	
試験NO.20	有り	15	○	○	○
試験NO.21	有り	12	○	○	○
試験NO.22	有り	42	○	◎	◎
試験NO.23	有り	65	○	◎	◎
試験NO.24	無し	0	○	×	×
試験NO.25	無し	0	○	×	×

試験NO.20～23のハニカムフィルタは、目封止材中に断面形状が略円形状の細孔が存在することから、低圧力損失特性を示すと共に、特に耐熱衝撃性に優れており、耐熱衝撃性の評価はいずれも(○)或いは(◎)となったため、総合判定は(○)或いは(◎)となった。特に試験NO.22及び23のハニカムフィルタは、目封止材の任意断面において、断面積が1000 μm^2 以上

である細孔のうち、アスペクト比が2以下の細孔の割合が20%以上であることから、耐熱衝撃性の評価は(◎)となり、総合判定も(◎)であった。一方、試験NO.24、25のハニカムフィルタは、目封止材中に断面形状が略円形状の細孔が存在しないことから、耐熱衝撃性の判定が(×)となり、総合判定は(×)となった。